

PCT/FR 2004 / 002624
29 NOV. 2004

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 18 OCT. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

SIEGE
26 bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété Intellectuelle - Livre VI

cerfa

N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2

BR1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 210502

REMISE DES PIÈCES		Réervé à l'INPI
DATE	21 OCT 2003	
LIEU	75 INPI PARIS	
N° D'ENREGISTREMENT	0312279	
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI	21 OCT. 2003	
Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i> BFF030316		

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

CABINET PLASSERAUD

84, rue d'Amsterdam
75440 PARIS CEDEX 09

Confirmation d'un dépôt par télécopie		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie
2 NATURE DE LA DEMANDE		
Demande de brevet		
<input checked="" type="checkbox"/>		
Demande de certificat d'utilité		
<input type="checkbox"/>		
Demande divisionnaire		
<input type="checkbox"/>		
Demande de brevet initiale		
<input type="checkbox"/>		
ou demande de certificat d'utilité initiale		
<input type="checkbox"/>		
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		
<input type="checkbox"/>		
N° Date <input type="text"/>		
N° Date <input type="text"/>		
N° Date <input type="text"/>		
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
PROCEDE ET DISPOSITIF DE CARACTERISATION D'UN FLUIDE		

4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite »
5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique
Nom ou dénomination sociale		CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE - CNRS -
Prénoms		
Forme juridique		Etablissement Public, Scientifique et Technologique EPST
N° SIREN		<input type="text"/>
Code APE-NAF		3, rue Michel Ange 75016 PARIS Cédex 16
Domicile OU siège	Rue <input type="text"/> Code postal et ville <input type="text"/> Pays <input type="text"/> Nationalité N° de téléphone <i>(facultatif)</i> Adresse électronique <i>(facultatif)</i>	FRANCE Française <input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite »
<input type="checkbox"/> N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		

Remplir impérativement la 2^e page

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2

BR2

Réserve à l'INPI

REMISE DES PIÈCES
DATE 21 OCT 2003
LIEU 75 INPI PARIS
N° D'ENREGISTREMENT 0312279
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DB 540 W / 210502

6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)		BFFQ30316
Nom _____		_____
Prénom _____		_____
Cabinet ou Société _____		_____
N ° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel _____		Cabinet PLASSERAUD
Adresse	Rue _____	_____
	Code postal et ville _____	84, rue d'Amsterdam
	Pays _____	_____
N° de téléphone (facultatif) _____	75009 PARIS	
N° de télécopie (facultatif) _____	_____	
Adresse électronique (facultatif) _____	_____	
7 INVENTEUR (S)		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt
		<input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques
		<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG _____
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Régis GAREL 02-0303		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI

Procédé et dispositif de caractérisation d'un fluide

La présente invention est relative aux procédés et dispositifs de caractérisation d'un fluide soumis à des 5 contraintes.

Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé et un dispositif de caractérisation d'un fluide des particules réfléchissant les ultrasons, que ce soit naturellement ou non. Dans ce dernier cas, il peut être fait 10 appel à des agents de contraste acoustique. Dans ce procédé, on soumet à des contraintes, un échantillon du fluide placé entre deux surfaces dans un rhéomètre pour mesurer des caractéristiques rhéologiques de l'échantillon lors de la mise en mouvement relatif des deux surfaces l'une par rapport à l'autre. 15

Dans le domaine de la rhéologie classique, on utilise un rhéomètre pour mesurer le comportement de la déformation et de l'écoulement d'un fluide lorsqu'on lui impose une contrainte. Le rhéomètre mesure des 20 caractéristiques rhéologiques globales de l'échantillon du fluide soumis à une contrainte déterminée par le rhéomètre, les caractéristiques rhéologiques globales correspondant à des données moyennées sur la taille de l'échantillon. Ces caractéristiques rhéologiques globales sont pertinentes pour 25 les fluides qui présentent des déformations homogènes sur tout l'échantillon sous contraintes. Le rhéomètre se révèle donc être un outil performant pour l'étude des fluides dont l'écoulement est dit homogène, c'est-à-dire qui ont un comportement rhéologique identique dans tout l'échantillon.

Par contre, il se révèle être un outil incomplet pour la caractérisation de fluides qui ont un comportement rhéologique plus complexe, fluides présentant sous contraintes des déformations locales inhomogènes, telles 30

que du glissement aux parois, des fractures locales, des bandes de cisaillement...

Or, ces fluides complexes jouent un rôle très important dans de nombreux domaines de l'industrie comme 5 l'alimentation, la chimie et les cosmétiques. Leur étude présente donc un grand intérêt industriel.

La présente invention a pour objectif notamment de pallier cet inconvénient de la rhéologie classique.

A cet effet, selon l'invention, un procédé du genre 10 en question est essentiellement caractérisé en ce que l'on collecte en outre des données locales ultrasonores de déformation de l'échantillon par des moyens de mesure par ondes ultrasonores.

Grâce à cette disposition, le mouvement de 15 l'échantillon du fluide peut être mesuré localement.

Cette invention, alliant mesures rhéologiques globales et locales, permet d'obtenir une description complète, à la fois spatiale et temporelle, d'un fluide sous contraintes.

20 Cette méthode non intrusive permet une étude rhéologique locale des fluides diffusant les ondes ultrasonores, ce qui comprend les fluides diffusant naturellement les ondes ultrasonores et les fluides ne diffusant pas naturellement les ondes ultrasonores mais 25 auxquels on ajoute des agents de contraste acoustique, cet ajout ne perturbant pas l'étude. Ce procédé de rhéologie locale permet de s'affranchir de certaines contraintes liées aux méthodes optiques, déjà existantes, et décrites dans les documents « G. G. Fuller, J. M. Rallison, R. L. Schmidt, L. 30 G. Leal, *J. Fluid Mech.*, 100 :555, 1980 ». et « B. J. Ackerson, N. A. Clark, *J. Physique*, 42 :929, 1981 » qui ne peuvent pas être appliquées à des échantillons opaques ou diffusant très fortement la lumière. Grâce à ce procédé, la

gamme des fluides étudiés en rhéologie locale est étendue.

Dans des modes de réalisation préférés du procédé selon l'invention, on peut éventuellement avoir recours en outre à l'une et/ou à l'autre des dispositions suivantes :

5 - on collecte les données locales ultrasonores de déformation de l'échantillon en le sondant avec des ondes ultrasonores de fréquence centrale supérieure à 20 MHz ; plus les ondes ultrasonores sont de fréquences élevées, plus grande est la résolution spatiale des données locales

10 ultrasonores de déformation ;

15 - le fonctionnement du rhéomètre fournit une référence temporelle pour la collecte des données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon soumis aux contraintes induites par le rhéomètre, ce qui permet la corrélation temporelle de données rhéologiques globales, moyennées sur la taille de l'échantillon et de données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon soumis aux contraintes induites par le rhéomètre ;

20 - les données locales ultrasonores de déformation correspondent au déplacement d'une multitude de points selon un axe (Z), cette multitude de points formant un champ d'observation sensiblement continu, et le procédé comprend une étape d'observation au cours de laquelle :

25 . on émet dans l'échantillon successivement plusieurs impulsions ultrasonores, avec une fréquence de répétition de ces impulsions comprise entre 0 et 20 kHz,

.... on détecte des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchis par les particules

30 réfléchissantes de l'échantillon, et

. on calcule localement des déplacements dans l'échantillon entre deux impulsions pour des points du champ d'observation, en utilisant une technique de corrélation

croisée des données locales ultrasonores ;

- une étape de calibration précède l'étape d'observation de déplacement de l'échantillon du fluide au moyen d'ondes ultrasonores, étape de calibration que l'on réalise selon un axe Z de tir et avec un échantillon de fluide (fluide simple newtonien) dont on connaît les données locales ultrasonores de déformation, et au cours de laquelle on calcule des facteurs de correction de mesures en ajustant les données locales théoriques de déformation connues de l'échantillon aux mesures des données locales de déformation collectées au moyen des ondes ultrasonores, ces facteurs de correction étant dus aux problèmes de réfraction aux surfaces de l'échantillon ; l'axe Z est déterminé expérimentalement en fonction de l'indice de réflexion de l'échantillon de manière à réduire la réflexion des ondes ultrasonores sur les parois du rhéomètre et optimiser un signal correspondant aux données collectées ;

- ladite étape d'observation réalisée sur l'échantillon sous contraintes est suivie d'une étape de visualisation d'image au cours de laquelle toutes les positions d'une multitude de points sur l'axe Z sont observées en fonction du temps, via l'amplitude de pression, sur une sonde de pression, des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules réfléchissantes de l'échantillon, cette amplitude pouvant être codée chromatiquement ;

- l'étape d'observation est suivie d'une étape de calcul de vitesse à partir des déplacements des points du champ d'observation à un instant donné, selon l'axe Z, puis on réitère cette étape de calcul plusieurs fois, et après avoir moyenné toutes les vitesses obtenues à chacun des points du champ d'observation, on détermine un profil de vitesse selon l'axe Z ;

- on détermine plusieurs profils de vitesse selon l'axe Z successivement à une fréquence comprise entre 0,1 Hz et 1 kHz ; étant donné qu'un profil de vitesse peut être ainsi réalisé en 1 ms à 10 secondes selon les conditions expérimentales et la précision souhaitée, la variation des profils de vitesse sur l'axe Z peut donc être étudiée avec une grande résolution temporelle ; une telle résolution temporelle permet de suivre la dynamique des fluides complexes sur des échelles de temps nettement plus courtes que d'autres techniques de mesure locale comme la diffusion de la lumière ou l'imagerie par résonance magnétique qui nécessitent des temps d'acquisition de l'ordre de la minute ;

- le champ d'observation s'étend au moins selon un plan comprenant un premier axe Z et un deuxième axe Y formant un angle quelconque avec ledit premier axe ;

- au cours de l'étape d'observation, on utilise une barrette de plusieurs transducteurs ultrasonores (T_1, \dots, T_h) disposés selon au moins l'axe Z pour émettre les impulsions ultrasonores, et détecter les échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules réfléchissantes de l'échantillon (8), afin de fournir une image des déplacements des points du champ d'observation à un instant t donné.

Par ailleurs, l'invention a également pour objet un dispositif, composé d'un rhéomètre pour appliquer, entre deux surfaces en mouvement relatif l'une par rapport à l'autre, des contraintes à un échantillon de fluide compris entre ces deux surfaces et pour mesurer des caractéristiques rhéologiques moyennées sur la taille de l'échantillon, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un dispositif ultrasonore pour mesurer des déformations locales par des moyens de mesure par ondes ultrasonores, ce dispositif

ultrasonore comprenant :

- un générateur d'ondes ultrasonores pour émettre dans l'échantillon de telles ondes, selon une séquence de plusieurs tirs, et

5 - un récepteur d'ondes ultrasonores pour détecter les échos réfléchis par les particules réfléchissantes du fluide correspondant à chaque tir d'onde ultrasonore, ces échos étant utilisés pour suivre localement la déformation du fluide en fonction du temps.

10 Dans des modes de réalisation préférés du dispositif selon l'invention, on peut éventuellement avoir recours en outre aux dispositions suivantes :

15 - le générateur d'ondes ultrasonores du dispositif ultrasonore est caractérisé en ce qu'il émet des ondes ultrasonores de fréquence supérieure à 20 MHz, et

- le rhéomètre comporte une cellule de Couette dont l'épaisseur est inférieure à 4 mm.

20 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description suivante de plusieurs de ses formes de réalisation, données à titre 25 d'exemples non limitatifs, en regard des dessins joints.

Sur les dessins :

- la figure 1 est une vue schématique d'un dispositif de caractérisation d'un fluide selon une forme de 25 réalisation de l'invention,

- la figure 2 est une vue schématique de dessus d'un arrangement relatif d'un dispositif ultrasonore et d'un rhéomètre à cellule de Couette selon la forme de réalisation de l'invention de la figure 1, dans laquelle l'épaisseur de 30 la paroi extérieure de la cellule de Couette du rhéomètre traversée par les ondes ultrasonores est localement réduite,

- la figure 3 est un signal des échos détectés dans une suspension diluée de billes de polystyrène, par le

récepteur d'un dispositif ultrasonore selon la forme de réalisation de l'invention de la figure 1,

5 - la figure 4 est une partie agrandie du signal représenté en figure 3, formé de deux signaux d'échos correspondant à deux impulsions successives séparées de 1 ms,

- la figure 5 représente une fonction de corrélation des deux signaux de la figure 4,

10 - la figure 6 représente des profils de vitesse mesurés, dans un fluide homogène correspondant à une suspension newtonienne de billes de polystyrène, selon la présente invention,

15 - la figure 7 représente 150 signaux d'échos successifs détectés lors de la mise en mouvement d'un organogel selon le procédé de l'invention,

- la figure 8 représente des signaux d'échos ultrasonores dans une émulsion concentrée soumise à une contrainte périodique oscillant à 1 Hz,

20 - la figure 9 représente des signaux d'échos ultrasonores dans une émulsion diluée soumise à une contrainte périodique oscillant à 1 Hz,

- la figure 10 représente des profils de vitesse mesurés dans un fluide inhomogène, présentant des bandes de cisaillement, selon la présente invention,

25 - la figure 11a représente le taux de cisaillement global enregistré par le rhéomètre au cours du temps,

- la figure 11b représente six profils de vitesse successifs enregistrés pendant un régime transitoire de contrainte représenté en figure 11a,

30 - la figure 12 montre des profils de vitesse mesurés selon la présente invention dans un organogel.

Le dispositif schématisé sur la figure 1 comporte un rhéomètre 1, un transducteur 2, un pulseur-récepteur 3 et

une carte d'acquisition 4 reliée à un micro- ordinateur 7. Le rhéomètre 1 est un appareil commercialisé par la société TA Instruments sous la référence AR 1000. Il comporte une cellule de Couette, composée de deux cylindres concentriques 5 et 6 de Plexiglas dont la hauteur est de 30 mm et entre lesquels se trouve un échantillon 8 de fluide. Selon l'échantillon étudié, l'intervalle entre les deux cylindres 5 et 6 est compris entre 0,5 mm et 1,1 mm. Le cylindre intérieur 5 forme un rotor dont la rotation est contrôlée 10 par le rhéomètre. Il mesure en temps réel la déformation, la contrainte et le taux de cisaillement appliqués au fluide et permet d'enregistrer les caractéristiques rhéologiques globales de l'échantillon au cours du temps : module de cisaillement et de perte dans le régime des petites 15 déformations, viscosité du fluide dans le régime des grandes déformations. Il est important de noter que la présente invention peut être adaptée à d'autres géométries de rhéomètre, telles que cone-plan ou plan-plan.

Le transducteur 2 est un transducteur piezo-polymère 20 large bande commercialisé par la société Panametrics sous la référence PI 50-2. Il est placé face au cylindre extérieur 6 fixe (stator) à l'extérieur de la cellule de Couette comme indiqué sur la figure 2. Il travaille à la fois en émission et en réception. L'ensemble composé du transducteur 2 et de 25 la cellule de Couette 5, 6 est placé dans une cuve rectangulaire (20 cm de long et 12 cm de large) fixée sur la base du rhéomètre 1 et dans laquelle circule de l'eau distillée dont la température est contrôlée à +/-0,1°C.

La figure 2 montre un arrangement relatif du 30 transducteur 2 et de la cellule de Couette, vu de dessus. Le faisceau ultrasonore est focalisé dans l'échantillon 8 de fluide sensiblement au milieu de la distance séparant les cylindres 5 et 6. L'axe du faisceau est repéré par la

direction Z, qui présente un angle θ d'incidence par rapport à la direction radiale X du rotor 5 et du stator 6.

Afin de minimiser l'épaisseur de la surface de la cellule de Couette traversée par les ondes ultrasonores, une 5 fenêtre rectangulaire 9 est réalisée dans le stator 6. L'atténuation introduite par la traversée du stator est de ce fait réduite.

Des impulsions ultrasonores haute fréquence sont émises par le transducteur 2 grâce au pulseur à large bande 10 3.

Dans une forme de réalisation de la présente invention, la fréquence de ces ondes ultrasonores est centrée autour de 36 MHz et leur émission correspond à un tir d'une durée typique de 0.1 microseconde. La résolution 15 spatiale obtenue est de l'ordre de 40 micromètres. La résolution spatiale de ce procédé peut être augmentée en utilisant des ondes ultrasonores de plus haute fréquence à condition que l'absorption ultrasonore, qui augmente avec la fréquence, ne réduise pas trop le rapport signal sur bruit 20 de l'expérience.

Ces ondes ultrasonores se propagent dans l'eau de la cuve thermostatée, à travers le stator 6 avant de pénétrer l'échantillon 8.

Après l'émission ou tir d'une impulsion, le pulseur 25 3 reçoit puis filtre et amplifie les échos diffusés par l'échantillon et captés par le transducteur 2. Le signal de sortie du pulseur 3 est alors envoyé sur la carte d'acquisition 4 installée dans le micro-ordinateur 7 qui stocke les données sur un disque dur.

30 La figure 3 montre un exemple de signal enregistré dans une suspension diluée de billes de polystyrène dont le diamètre est compris entre 3 et 10 micromètres. Elle représente un ensemble complexe d'échos ultrasonores

résultant des interférences des ondes diffusées par le milieu.

En régime de diffusion simple, quand les diffuseurs sont petits devant la longueur d'onde des ultrasons et le libre parcours moyen des ondes ultrasonores grand devant la taille de l'échantillon; le temps d'arrivée t d'un écho correspond à la position z , repérée sur l'axe Z du faisceau des diffuseurs donnant naissance à cet écho, par la seule relation :

10 $z = c_0 * t / 2$, où c_0 est la vitesse de propagation des ultrasons dans l'échantillon et le facteur $\frac{1}{2}$ traduit l'aller et retour entre le transducteur et le diffuseur. Cette relation entre le temps d'arrivée t des échos et la position des diffuseurs est à la base de toute mesure échographique 15 et donc à la base de la présente invention.

A présent, le dispositif et le principe de base de cette invention sont exposés dans une des formes possibles de réalisation.

Les sections suivantes s'attacheront à décrire plus 20 en détails le traitement des données collectées, puis les résultats déjà obtenus par application d'une forme possible du procédé et du dispositif selon la présente invention.

Conformément au procédé selon l'invention, on soumet l'échantillon 8 à des contraintes grâce au rhéomètre 1 et on 25 collecte des données locales ultrasonores de déformation de l'échantillon 8 grâce à l'ensemble constitué du transducteur 2, du pulseur-récepteur 3 et de la carte d'acquisition 4 reliée au micro-ordinateur 7.

Ainsi, on émet des impulsions ultrasonores et on en 30 détecte les échos. La figure 4 est un agrandissement d'une partie de la figure 3. Les signaux A et B de la figure 4 représentent deux échos correspondant respectivement à deux impulsions ultrasonores successives séparées de 1 ms et

déetectées au moyen du transducteur 2. L'épaisseur de l'échantillon étant inférieure à 4 mm, cela permet de supposer que le mouvement des diffuseurs est gelé durant la propagation des ondes ultrasonores. En effet, la propagation 5 des ultrasons à travers 1 mm d'échantillon dure environ 2 microsecondes, intervalle de temps suffisamment court pendant lequel on peut considérer que les positions relatives des diffuseurs sont inchangées.

La Figure 4 montre que pour une fréquence de 10 répétition des impulsions sensiblement égale à 1 kHz, on peut facilement mesurer le décalage temporel dt , entre deux impulsions successives représentées respectivement par le signal A et le signal B, sur une partie de ces signaux.

Mathématiquement, le traitement de données consiste 15 à découper deux signaux d'échos successifs en petites fenêtres correspondant chacune à une position z différente le long de l'axe du faisceau ultrasonore. La Figure 4 montre l'une de ces petites fenêtres, dont la position est repérée par un rectangle en pointillés sur le signal complet de la 20 Figure 3. Pour chaque fenêtre, les deux morceaux de signaux successifs sont intercorrélés et l'on estime le décalage temporel dt entre ces deux signaux en calculant la position du maximum de la fonction de corrélation après une interpolation parabolique au voisinage de ce maximum comme 25 le montre la figure 5. Des exemples de tels calculs de corrélation sont donnés dans l'état de la technique, notamment par O'Donnell et al. (« Internal displacement and strain imaging using speckle tracking », IEEE transactions on ultrasonic, ferroelectrics, and frequency control, vol. 30 41, n°3, mai 1994, p. 314-325).

Pour une fenêtre située autour de t , on en déduit alors le déplacement $dz = c_0 * dt / 2$ d'un point de l'échantillon à la position $z = c_0 * t / 2$ correspondante. On récupère ainsi

une mesure locale du déplacement dz dans l'échantillon en fonction de z entre les deux impulsions.

De manière complémentaire aux opérations décrites ci-dessus, on procède à une étape de calcul de vitesse à 5 partir des mesures locales des déplacements des points du champ d'observation à un instant donné, selon l'axe Z . On réitère cette étape de calcul plusieurs fois, et après avoir moyenné toutes les vitesses obtenues à chacun des points du champ d'observation, on détermine un profil de vitesse selon 10 l'axe Z .

La vitesse en un point donnée est calculée en trois étapes.

La première étape correspond au calcul du déplacement des points du champ d'observation comme exposé 15 précédemment et grâce auquel on obtient dz .

La deuxième étape consiste à diviser dz par le temps séparant deux impulsions successives, T , soit : $v_z(z) = dz/T$. La fréquence de répétition des impulsions ultrasonores correspond à $1/T$. Enfin, si on suppose que le champ de 20 vitesse est purement orthoradial, il est aisé de passer de la vitesse $v_z(z)$ projetée selon l'axe Z à la vitesse orthoradiale $v(x)$ connaissant l'angle θ entre l'axe des ultrasons Z et la direction X .

En théorie, deux impulsions successives suffisent à 25 déterminer le déplacement de l'échantillon en fonction de z . En pratique, le signal d'échos ultrasonore n'est jamais parfaitement homogène dans tout l'échantillon et il est nécessaire de moyenner les résultats obtenus sur 20 à 1000 tirs d'ondes ultrasonores pour obtenir une mesure de vitesse 30 fiable pour une position donnée. Ainsi avec une fréquence de tirs de l'ordre du kHz, on obtient un profil de vitesse en 0.02 à 2 secondes, alors que l'obtention de profils de vitesse par un procédé et un dispositif optiques tels que

mentionnés ci-dessus est de l'ordre de la minute. Plus généralement, selon les conditions expérimentales et la précision souhaitée, un profil de vitesse peut être obtenu en 1 milliseconde à 10 secondes.

5 Afin de calibrer le dispositif, une étape de calibration est réalisée avec un échantillon de fluide homogène.

La figure 6 montre des profils de vitesse d'un fluide homogène, enregistrés pour différents taux de cisaillement imposés par le rhéomètre 1. Les profils de vitesse décroissent linéairement depuis le rotor 5 (en $x=0$) jusqu'au stator 6 (en $x=1.1$ mm) où la vitesse est nulle, car le fluide étudié est homogène (fluide newtonien). Ces mesures permettent de calibrer le dispositif en corrélation avec les paramètres géométriques liés à l'arrangement relatif du faisceau ultrasonore et de la cellule de Couette : position du transducteur 2 par rapport au rotor 5 et au stator 6, angle θ d'incidence des ultrasons.

Cette calibration permet de détecter :

- 20 - l'angle θ correspondant à l'angle d'incidence des ultrasons,
- un facteur de correction angulaire, et
 - un facteur de correction des distances.

Après calibration, la collecte des données locales ultrasonores de déformation est réalisée pour un échantillon quelconque.

La collecte de données locales ultrasonores de déformation de cet échantillon sous contraintes est suivie d'une étape de visualisation d'image au cours de laquelle 30 les positions d'une multitude de points sur l'axe Z sont observées en fonction du temps, l'amplitude de la pression détectée par le transducteur 2 pour les échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules

réfléchissantes de l'échantillon pouvant être codée chromatiquement, comme le montre la figure 7.

En effet, la figure 7 présente 150 signaux d'échos successifs enregistrés lors de la mise en mouvement d'un organogel à base de toluène dans un rhéomètre dont l'épaisseur entre les deux cylindres 5 et 6 est de 0,5 mm. L'amplitude des signaux des échos, codée en gris, est représentée en fonction de la profondeur de pénétration des ultrasons dans l'échantillon 8. Les lignes noires correspondant à la position des particules réfléchissantes constituant l'organogel. Dans ce cas les particules assurant la cohésion du gel ont la forme de bâtonnets d'environ 10 micromètres de diamètre pour 100 micromètres de long et diffusent suffisamment les ultrasons naturellement. L'axe des abscisses z correspond à l'axe Z de propagation des ultrasons. L'axe des ordonnées t indique l'instant auquel a eu lieu l'impulsion ultrasonore. On peut facilement lire que le mouvement démarre à $t=15$ s. Les échos fixes au voisinage du stator, surface fixe du rhéomètre, indiquent la présence d'une zone gelée alors que des phénomènes spatio-temporels complexes (réseau de fractures instationnaires) semblent se produire dans le reste de la cellule pour $t>15$ s.

La figure 8 et la figure 9 présentent des signaux des échos ultrasonores enregistrés lors de la mise en mouvement d'émulsions dans un rhéomètre 1, dans lequel l'épaisseur entre les deux cylindres 5 et 6 est de 1.1 mm. L'axe des abscisses Z correspond à l'axe de propagation des ondes ultrasonores. L'axe des ordonnées indique l'instant auquel ont eu lieu les impulsions ultrasonores. Dans le cas des émulsions, la présence de petites gouttes d'huile aux propriétés acoustiques différentes du fluide environnant conduit aussi à un signal d'écho ultrasonore.

La figure 8 montre les résultats obtenus pour une

émulsion concentrée, pour laquelle le mouvement du signal d'écho est périodique, comme pour un solide élastique, quelle que soit la profondeur z .

La figure 9 montre les résultats obtenus pour une 5 émulsion diluée, qui continue à s'écouler après l'arrêt des oscillations (pour $t > 2$ s).

L'acquisition et la visualisation dans le temps des signaux d'échos successifs permettent de visualiser les phénomènes rhéologiques se produisant dans l'échantillon 10 confiné dans une épaisseur sensiblement égale à 1 millimètre.

De manière complémentaire aux images obtenues comme indiquées ci-dessus, il est possible grâce aux dispositif et procédé selon l'invention, de déterminer des profils de vitesse de la manière déjà exposée ci-dessus. Ainsi, la 15 figure 10 présente des profils de vitesse obtenus avec le dispositif et le procédé selon l'invention dans un fluide complexe : une phase lamellaire lyotrope (mélange d'eau salée à 20 g/L, d'octanol à 78% en masse et de SDS (surfactant) à 6,5% en masse) où l'on a ajouté 1 % en masse de billes de polystyrène. Ce type d'expérience permet 20 d'étudier en particulier le phénomène de glissement aux parois. Le glissement aux parois est un problème récurrent en rhéologie et pour l'industrie. L'écoulement est 25 inhomogène avec une région fortement cisaillée près du rotor qui envahit progressivement toute la cellule lorsqu'on augmente la vitesse v_0 du rotor. L'insert de la figure 10 montre les données normalisées par la vitesse du rotor v_0 et 30 l'épaisseur e de la cellule. Dans la gamme de température et de cisaillement étudiée, les profils de vitesse v présentent un glissement important aux parois (de l'ordre de 20 à 30 % de la vitesse v_0 du rotor). La présente invention permet donc une mesure directe du glissement dans les fluides

complexes.

Les figures 11a et 11b illustrent la capacité du dispositif décrit ci-dessus, à mesurer simultanément et selon une même référence temporelle des grandeurs rhéologiques et des profils de vitesse, car le fonctionnement du rhéomètre fournit une référence temporelle pour la collecte des données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon soumis aux contraintes induites par le rhéomètre.

La figure 11b présente six profils de vitesse successifs enregistrés pendant un régime transitoire où la contrainte appliquée à l'échantillon est subitement augmentée et dont la signature rhéologique est présentée en figure 11a : vitesse v_0 du rotor mesurée au cours du temps par le rhéomètre. Le dispositif et le procédé de la présente invention permettent de mettre en évidence l'existence d'un écoulement inhomogène avec trois zones de cisaillements différents et des effets de glissement fortement instationnaires au cours du régime transitoire. Les différentes bandes de cisaillements coexistent puis disparaissent au cours du régime transitoire.

De telles mesures locales sont impossibles avec un rhéomètre classique.

Pour ces mesures, chaque profil de vitesse est obtenu en 1,6 s. Plus généralement, selon les conditions expérimentales et la précision souhaitée, un profil de vitesse peut être obtenu en 1 milliseconde à 10 secondes. La présente invention permet donc une étude de caractérisation de fluide dynamique avec une grande résolution temporelle.

La figure 12 présente des mesures réalisées sur l'organogel à base de toluène déjà décrit pour la figure 7. Les profils de vitesse dans une cellule de Couette dont l'épaisseur entre les cylindres 5 et 6 est de 0,5 mm

montrent la coexistence d'une zone qui ne coule pas près du stator 6 et d'une zone cisaillée dans le reste de la cellule.

Les barres d'erreur C montrent la dispersion des 5 données liée à la présence de fractures et phénomènes fortement instationnaires au milieu du gel.

REVENDICATIONS

1. Procédé de caractérisation d'un fluide contenant des particules réfléchissant les ultrasons dans lequel on 5 soumet à des contraintes un échantillon du fluide placé entre deux surfaces (5,6) dans un rhéomètre (1) pour mesurer des caractéristiques rhéologiques de l'échantillon (8) lors de la mise en mouvement relatif des deux surfaces (5,6) l'une par rapport à l'autre, **caractérisé en ce que** l'on 10 collecte en outre des données locales ultrasonores de déformations de l'échantillon (8) par des moyens de mesure par ondes ultrasonores (2,3,4).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on collecte les données locales ultrasonores de déformation de 15 l'échantillon (8) en le sondant avec des ondes ultrasonores de fréquence supérieure à 20 MHz.

3. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le fonctionnement du rhéomètre (1) fournit une référence temporelle pour la collecte des 20 données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon (8) soumis aux contraintes induites par le rhéomètre (1).

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les données locales ultrasonores de 25 déformation correspondent au déplacement d'une multitude de points selon un axe Z, cette multitude de points formant un champ d'observation sensiblement continu, ce procédé comprenant une étape d'observation au cours de laquelle :

- on émet dans l'échantillon (8) successivement 30 plusieurs impulsions ultrasonores, avec une fréquence de répétition de ces impulsions comprise entre 0 et 20 kHz,
- on détecte des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules

réfléchissantes de l'échantillon (8), et

- on calcule localement des déplacements dans l'échantillon (8) entre deux impulsions pour des points du champ d'observation, en utilisant une technique de 5 corrélation croisée des données locales ultrasonores.

5. Procédé selon la revendication 4, dans lequel une étape de calibration précède l'étape d'observation de déplacement de l'échantillon du fluide au moyen d'ondes ultrasonores, étape de calibration que l'on réalise avec un 10 échantillon de fluide dont on connaît les données locales théoriques de déformation et selon un axe Z de tir fixé arbitrairement, et au cours de laquelle on calcule des facteurs de correction de mesures en ajustant les données 15 locales théoriques de déformation connues de l'échantillon aux mesures des données locales de déformation collectées, au moyen des ondes ultrasonores.

6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, dans lequel ladite étape d'observation est suivie d'une étape de visualisation d'image au cours de laquelle toutes les 20 positions d'une multitude de points sur l'axe Z sont observées en fonction du temps, via l'amplitude de pression sur une sonde de pression (2) des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules réfléchissantes de l'échantillon, cette amplitude pouvant 25 être codée chromatiquement.

7. Procédé selon la revendication 4, 5 ou 6, dans lequel ladite étape d'observation est suivie d'une étape de calcul de vitesse à partir desdits déplacements des points du champ d'observation à un instant donné, selon l'axe Z, 30 puis on réitère ce calcul plusieurs fois, et après avoir moyenné toutes les vitesses obtenues à chacun des points du champ d'observation, on détermine un profil de vitesse selon l'axe Z.

8. Procédé selon la revendication 7, dans lequel on détermine plusieurs profils de vitesse selon l'axe Z successivement et à une fréquence comprise entre 0,1 Hz et 1 kHz.

5 9. Procédé selon la revendication 4, 5, 6, 7 ou 8, dans lequel le champ d'observation s'étend au moins selon un plan comprenant un premier axe Z et un deuxième axe Y formant un angle quelconque avec ledit premier axe.

10 10. Procédé selon la revendication 4, 5, 6, 7, 8 ou 9, dans lequel au cours de ladite étape d'observation, on utilise une barrette de plusieurs transducteurs ultrasonores (T_1, \dots, T_n) disposés selon au moins l'axe Z pour émettre les impulsions ultrasonores, et détecter les échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules 15 réfléchissantes de l'échantillon (8), afin de fournir une image des déplacements des points du champ d'observation à un instant t donné.

11. Dispositif de caractérisation d'un fluide, composé d'un rhéomètre (1) pour appliquer entre deux 20 surfaces (5,6) en mouvement relatif l'une par rapport à l'autre des contraintes à un échantillon (8) du fluide compris entre ces deux surfaces (5,6) et pour mesurer des caractéristiques rhéologiques moyennées sur la taille de l'échantillon (8), caractérisé en ce qu'il comporte en outre 25 un dispositif ultrasonore (2,3,4) pour mesurer des déformations locales par des moyens de mesure par ondes ultrasonores, ce dispositif ultrasonore comprenant :

- 30 un générateur d'ondes ultrasonores (2,3) pour émettre dans l'échantillon de telles ondes, selon une séquence de plusieurs tirs, et

- un récepteur d'ondes ultrasonores (3) pour détecter les échos réfléchis par les particules réfléchissantes du fluide correspondant à chaque tir d'onde

ultrasonore, ces échos étant utilisés pour suivre localement la déformation du fluide en fonction du temps.

12. Dispositif selon la revendication 11, dans lequel le générateur d'ondes ultrasonores (3) du dispositif 5 ultrasonore émet des ondes ultrasonores de fréquence centrale supérieure à 20 MHz.

13. Dispositif selon l'une des revendications 11 ou 12, dans lequel ledit rhéomètre comprend une cellule de Couette d'épaisseur inférieure à 4 mm.

10 14. Dispositif selon l'une des revendications 11, 12 ou 13, dans lequel le dispositif ultrasonore inclue une barrette de plusieurs transducteurs ultrasonores (T_1, \dots, T_n) disposés selon au moins l'axe Z pour émettre les impulsions ultrasonores, et détecter les échos correspondant à chaque 15 impulsion ultrasonore réfléchie par les particules réfléchissantes de l'échantillon (8), afin de fournir une image des déplacements des points du champ d'observation à un instant t donné.

1/4

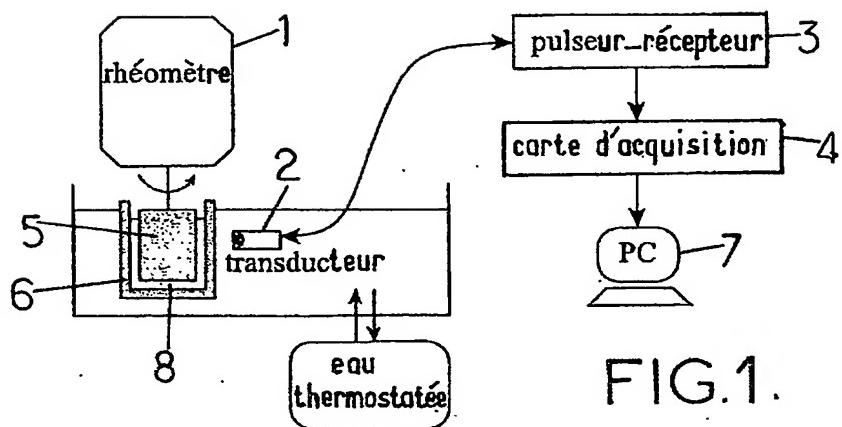


FIG.1.

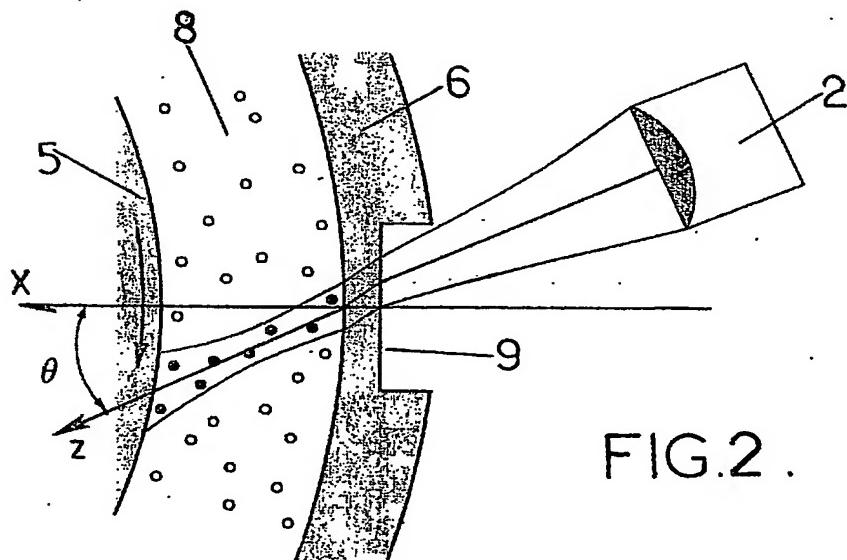


FIG.2.

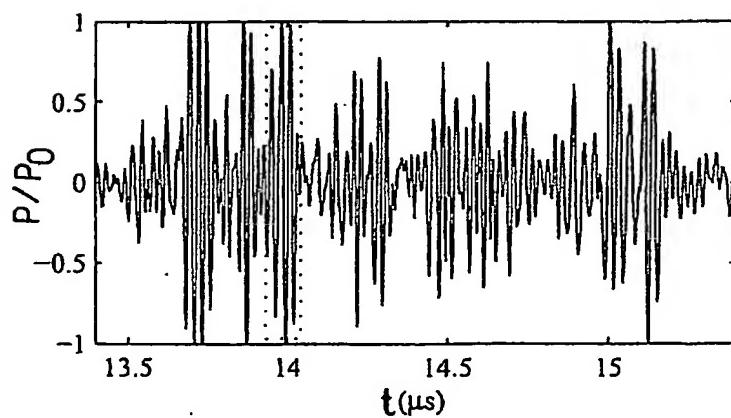
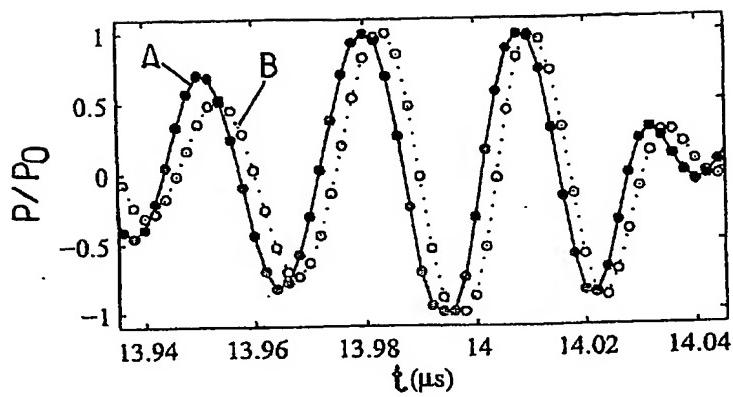
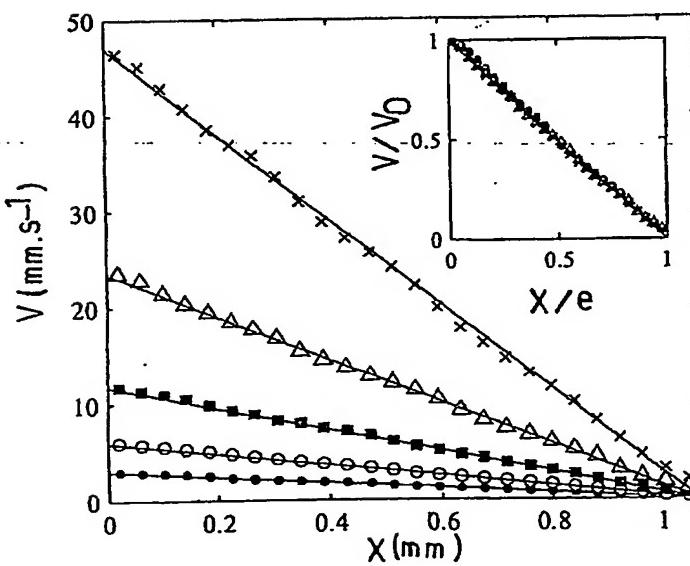
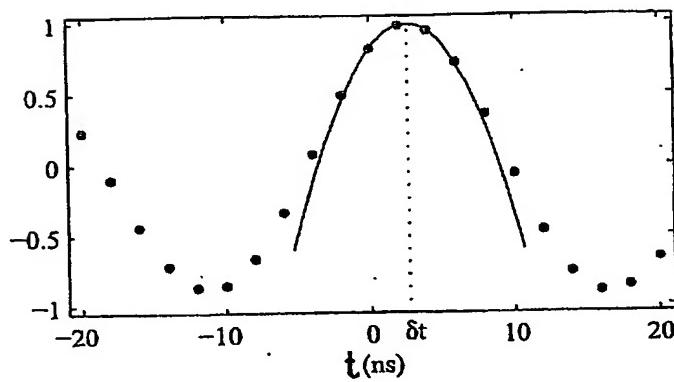


FIG.3.

2 / 4



FONCTION DE CORRÉLATION



BEST AVAILABLE COPY

3/4

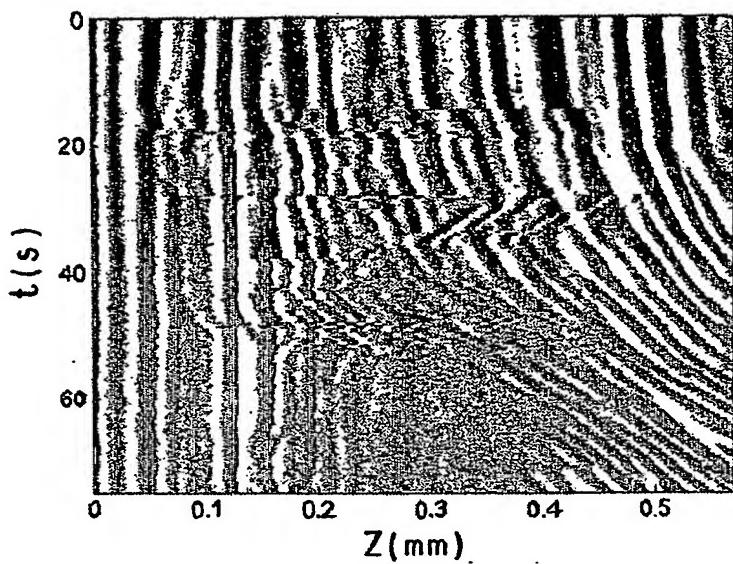


FIG. 7.

FIG. 8.

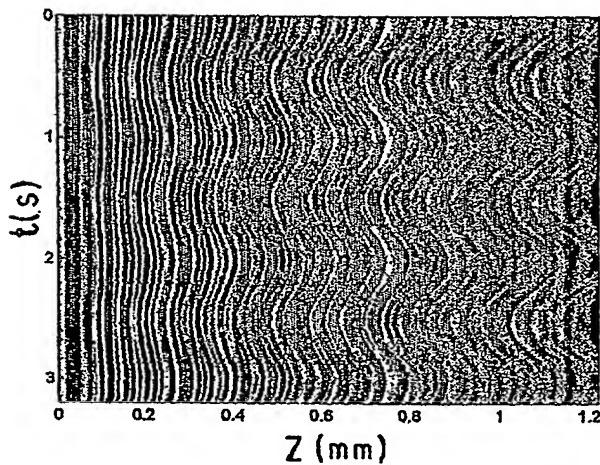


FIG. 9.

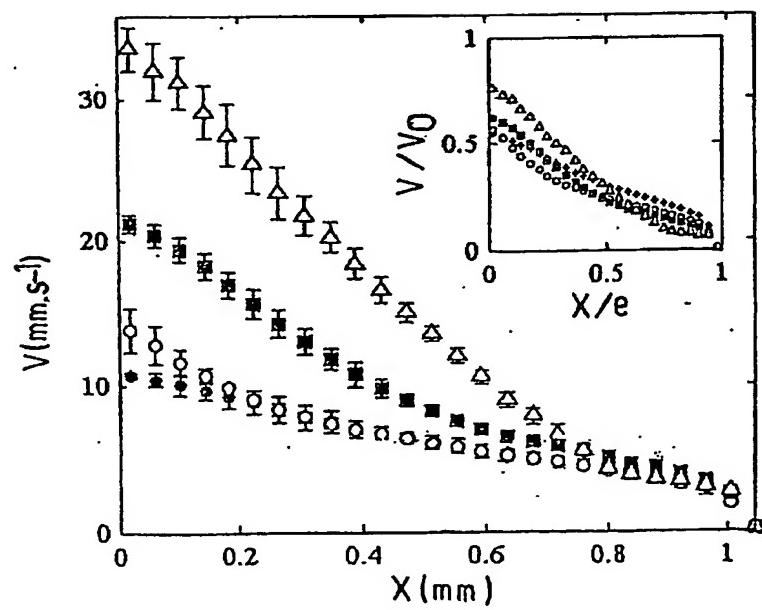
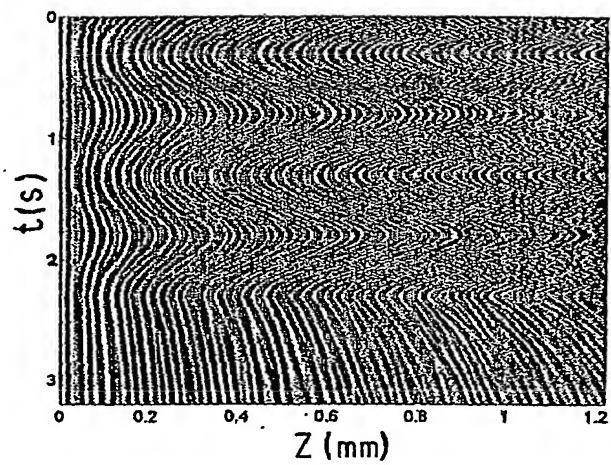


FIG. 10.

4/4

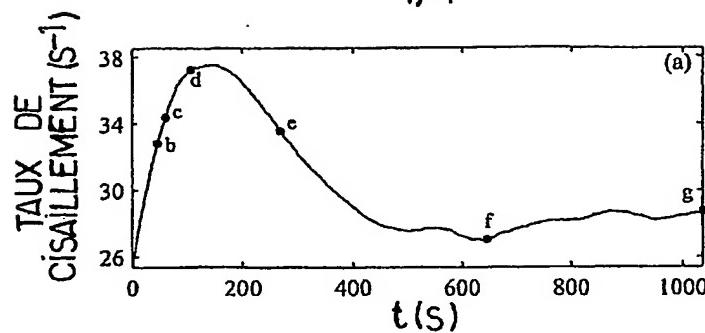


FIG.11a

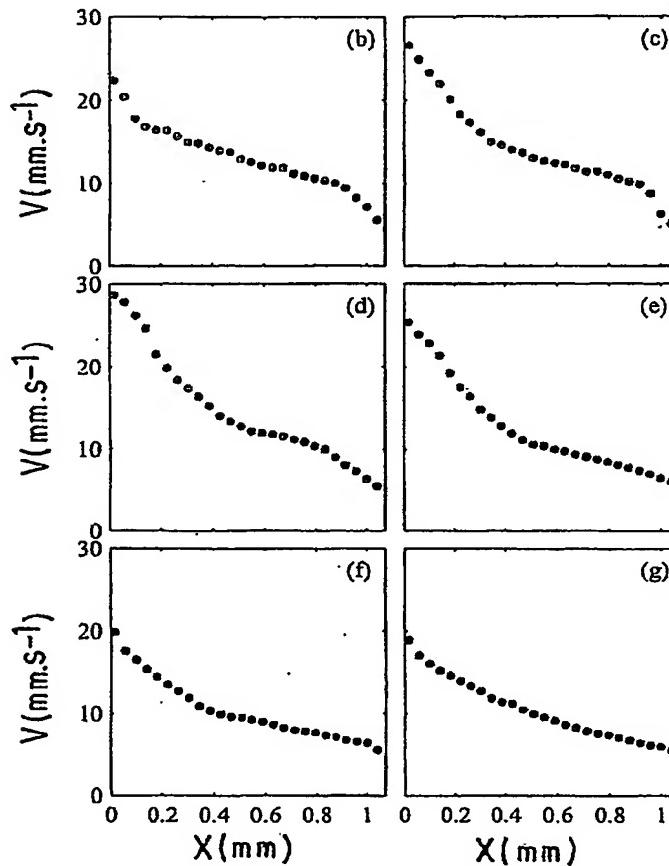


FIG.11b.

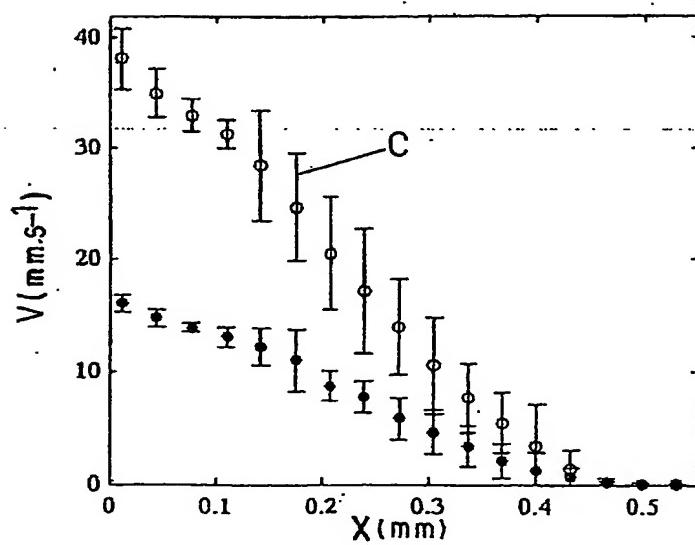


FIG12.

BREVET D'INVENTION



Nº 11235°03

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 270501

Vos références pour ce dossier (facultatif)			
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	BFF030316 0312279		
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
PROCEDE ET DISPOSITIF DE CARACTERISATION D'UN FLUIDE			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE - CNRS -			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :			
<input checked="" type="checkbox"/> Nom Prénoms		MANNEVILLE Sébastien	
Adresse	Rue	51, quai des Chartrons 33000 BORDEAUX FRANCE	
	Code postal et ville	FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
<input type="checkbox"/> Nom Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
<input type="checkbox"/> Nom Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		Le 21 octobre 2003 CABINET PLASSERAUD Régis GAREL  02-0303	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.